

固液接触状况对大黄提取过程的影响

吕阳成, 骆广生, 林 泉, 梅 帆, 戴猷元*

(清华大学 化学工程系, 北京 100084)

中药提取过程可以看作是有效成分在固液两相相间的相间传质过程^[1], 涉及溶解和扩散两个阶段。根据理论及相关研究, 可以知道固体颗粒大小和两相的接触情况对提取过程有很大影响。对于中药体系, 这方面的研究十分缺乏, 有展开深入研究的必要。本研究选择大黄作为实验体系, 研究了不同固体形态及固液接触状况下的提取过程, 以探讨强化传质的机制和可能性。

1 仪器及药品

HP8452 型紫外可见分光光度计, 高速万能粉碎机, HL-2 恒流泵。

1, 8-二羟基蒽醌, 分析纯, 北京化学试剂商店。大黄, 市售, 北京市中药材公司。

2 实验装置和方法

大黄中主要有效成分为蒽醌类物质, 以总蒽醌作为检测指标, 选择 1, 8-二羟基蒽醌作为对照物, 制作标准曲线。具体分析方法参考文献^[2]。

设计了图 1 所示实验装置来研究固液接触状况改变对提取过程的影响。浸取室由液相和固相两个腔室组成, 中间用 160 目筛网隔开, 药材粉末封闭在固相腔室中, 预热至恒温的流体从固相区上方循环流过。固相腔室厚度约为 2 mm, 装填药材并考虑一定的溶胀, 其中的药物粉末在提取过程中保持静止状态。流体腔室宽 20 mm, 高 5 mm。流体贮槽加搅拌, 使整体浓度均一, 定时取样测定提取液总蒽醌浓度。

大黄饮片在实验前粉碎, 用一组分样筛 (40, 80, 120 和 160 目) 筛分。定义通过 40 目筛而不能通过 80 目筛的药物粉末为 40 目粉末, 依此类推。

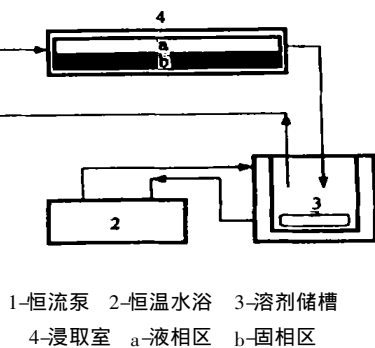


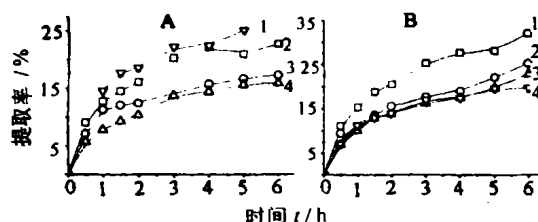
图 1 连续浸取实验装置示意图

实验中采用的大黄药品量为 2.0 g, 提取溶剂量为 100 mL。提取温度均为 60^o。

定义提取率为进入溶剂的总蒽醌量与初始药材质量之比。对于每一类药物粉末, 选定温度 60^o, 固液相比 1 : 800, 水提取的最大提取率为基准, 其他情况下的提取率与之相比记为相对提取率。

3 结果与讨论

3.1 不同流体流动状态对提取过程的影响: 实验中通过调节溶剂的循环流量来改变浸取器流体室内, 特别是固液表面附近流体的流动状态, 进而影响固液接触状况, 研究其对提取动力学行为的影响, 见图 2。



1-V= 1.120 cm/s	1-V= 1.120 cm/s
2-V= 0.080 cm/s	2-V= 0.297 cm/s
3-V= 0.154 cm/s	3-V= 0.154 cm/s
4-V= 0.297 cm/s	4-V= 0.080 cm/s

图 2 流速对 40 目 (A) 和 80 目 (B) 大黄饮片提取率的影响

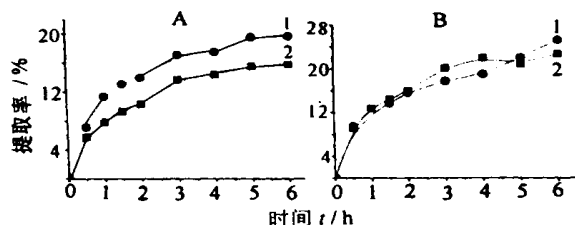
实验装置中提取过程很慢, 6 h 的连续提取相对提取率都在 10% ~ 30%; 每一实验流速下的曲线都明显分为初期的快速浸出和后期的慢速浸出两个阶段。流体流速增大, 提取动力学曲线变陡, 提取速度加快, 流体循环流速 1.12 cm/s 时 1 h 的提取率与流速 0.080 cm/s 时 6 h 的提取率相当。循环流速的变化对提取过程的影响存在阶跃性, 即在某一流速范围内增加流速可以显著提取提取效率, 而在其他区间这种影响并不显著。

在实验装置中, 固相区内部传质方式主要为分子扩散, 而外部流体流动仅会对固液相区界面及其附近区域的传质产生明显的影响。固液相区界面面

积与固体真实表面积相比很小, 导致传质缓慢。根据传递知识, 流体在沿界面向前流动的过程中, 边界层会逐步由层流边界层向湍流边界层过渡。湍流边界层传质快于层流边界层, 同种情况下边界层越薄传质越快。流动速度加快会使各个位置的边界层变薄, 同时过渡区变短, 从而加速传质。边界层形态的转变可能是流速变化对传质产生阶跃性影响的原因。

另外, 外部流体流动也会影响固相区界面附近的传质, 使总传质阻力减小。当该区域内有效成分大量溶出后, 即进入慢速传质阶段。这一区域的范围大小是与流动状况相关的。

3.2 不同固体颗粒及堆积状态对提取过程的影响: 在药物总质量一定的情况下, 在固相区装填不同颗粒大小的大黄, 对比研究不同情况下的提取过程, 结果见图 3。



A- $V=0.080\text{ cm/s}$ B- $V=0.297\text{ cm/s}$ 1-80 目 2-40 目

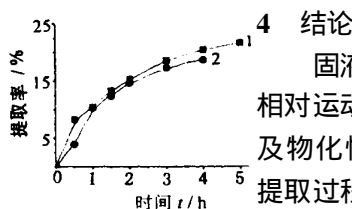
图 3 原料粒度对不同流速下大黄饮片提取率的影响

对于 80 目和 40 目两种装填情况下的提取过程, 在低流速时, 前者快于后者, 当流速逐渐提高, 后者先于前者出现阶跃, 导致差异减小甚至表现出相反的规律。这种现象可以从两方面理解: 与 40 目颗粒相比, 80 目颗粒的比表面积大, 粒内扩散传质距离短, 在相同固液接触情况下传质速率快; 40 目颗粒平铺堆积形成的表面比 80 目形成的表面要粗糙, 流体流过时更易产生湍动, 能够在更低的流速下发生传质形式的转变。

3.3 脉冲流场对提取过程的影响: 根据上面的结

果, 增大流体相对于药材粉末的运动速度可以影响传质机制和阻力分布, 强化传质过程。

除了加大浸取器内流体通量外, 引入脉冲流场也可以在局部实现同样的效果。这种方式的优点在于不增加设备的总体负荷, 容易操作和控制, 且在溶液萃取领域已有一定的应用基础。实验中利用往复泵改装后做脉冲源(脉冲频率 1.82 Hz, 振幅可调), 研究了脉冲流场对提取过程的影响。结果见图 4, 浸取的药物为 120 目的大黄粉末。引入振幅 20 mm 的脉冲后提取过程得到了明显的强化, 低流速下的提取效果甚至好于无脉冲的高流速情况。脉冲流的引入增加了流体的湍动程度, 同时会引起固相区内固体颗粒的扰动, 均有利于传质。



1- $V=0.078\text{ cm/s}$, 振幅 20 mm 2- $V=0.295\text{ cm/s}$, 无脉冲

图 4 脉冲流对提取率的影响

4 结论

固液接触状况, 包括固液相对运动速度、固液界面几何及物化性质都对中药大黄的提取过程有着明显的影响, 通过改善固液接触状况可以大幅度提高中药提取的效率。实验结果表明, 提高固液相之间的相对速度、减小固体颗粒的平均直径以及引入脉冲均可以有效地提高提取效率。特别

是引入脉冲, 在不增加设备液相负荷的前提下, 有效地提高固液相之间的瞬时相对速度, 达到很好的提取效果。总之, 选用合适的方式可以有效地强化传质, 降低能耗、物耗。另外, 固液接触状况的研究也关系到提取工段固液混合物的最终分离, 这是提高资源利用率的关键。

参考文献:

- [1] 陈玉昆. 中药提取生产工艺学[M]. 沈阳: 沈阳出版社, 1992.
- [2] 蒋孟良, 郭建生, 杨平. 提取方法对大黄中总蒽醌含量的影响[J]. 现代应用药学, 1993, 10(1): 33-34.

美国 ALPHA 实验室认可

美中国际合作中国企业

葡萄籽提取物

(原花青素 $\geq 95\%$)

专业生产厂家

电话: 0086-022-26721040; 26723305; 26737125

传真: 0086-022-26721041



网址: <http://www.jf-natural.com>

Tianjin Jianfeng Natural Product R & D Co., Ltd

天津尖峰天然产物公司

天津北辰科技园园路